

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-089198

(43)Date of publication of application : 03.04.2001

(51)Int.Cl. C03C 19/00  
 C03B 20/00  
 C03C 15/00  
 H01L 21/205  
 H01L 21/3065

(21)Application number : 11-269300

(71)Applicant : ASAHI GLASS CO LTD

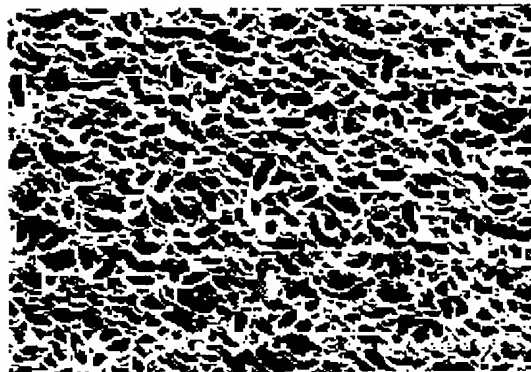
(22)Date of filing : 22.09.1999

(72)Inventor : KAWAGUCHI MASANORI  
 SANPEI KENICHI(54) SILICA GLASS JIG FOR SEMICONDUCTOR DEVICE AND METHOD FOR PRODUCING THE SAME  
 JIG

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a silica glass jig for semiconductor devices which has excellent adhesion to film formed in a semiconductor element-producing process and has a long life.

SOLUTION: In a silica glass jig for semiconductor devices which has many fine dent parts on the surface of itself, each dent part has a smooth spoon cut shape and an approximately elliptical shape when viewed from the upper part and these many fine dent parts are arranged in a continuously reticulated state.



## \* NOTICES \*

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.

2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.

3.In the drawings, any words are not translated.

---

## CLAIMS

---

[Claim(s)]

[Claim 1] A quartz glass jig for semiconductor devices which shape of each crevice is a smooth letter of a spoon cut in a quartz glass jig for semiconductor devices which has many detailed crevices on the surface, and is characterized by seeing from the upper part, making an approximately elliptical, and a detailed crevice of these large number following mesh shape.

[Claim 2] The quartz glass jig for semiconductor devices according to claim 1 whose center line average surface roughness is 0.5–80 micrometers and the approximately elliptical of a crevice is 7–150 micrometers in an area weighted mean of a major axis, and is 5–100 micrometers in whose area weighted mean of a minor axis.

[Claim 3] The quartz glass jig for semiconductor devices according to claim 1 or 2 to which a micro crack does not exist in the surface substantially.

[Claim 4] A manufacturing method of a quartz glass jig for semiconductor devices including a process etched for 30 to 200 minutes after sandblasting with hydrofluoric acid of 10 to 30 % of the weight of concentration.

[Claim 5] A manufacturing method of the quartz glass jig for semiconductor devices according to claim 4 whose particle size of abrasives for sandblasting is #250–#500.

---

## DETAILED DESCRIPTION

---

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to a quartz glass jig for semiconductor devices, and a manufacturing method for the same.

[0002]

[Description of the Prior Art] As a material of the jig for semiconductor manufacturing devices, it is a high grade and it is common to use the silica glass which is excellent in heat resistance and chemical resistance, using it as the smooth surface by the fire polish or other means.

[0003]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] However, the poly-Si stage film formation by CVD in a semiconductor device manufacturing process, These films adhering to a quartz glass jig may exfoliate, it may become particle, and a semiconductor device may be polluted with the etching process and ashing process which the stage film formation of a silica dioxide film and a deposit film generate. For this reason, it is necessary to remove the film adhering to a quartz glass jig periodically.

[0004] In order to etch when removing this adhesion film with the drugs which dissolve silica glass, such as hydrofluoric acid, in many cases, a quartz glass jig thins down by removal of an adhesion film, and there is a problem to which a life becomes short in a quartz glass jig.

[0005] Since some [, such as poly-Si, ] films produce many surface cracks on the surface of a quartz glass jig according to thermal expansion difference with silica glass, this crack extends by the above-mentioned

etching, and they have become a cause which shortens the life of a quartz glass jig.

[0006]That the problem of adhesion film peeling should be solved, unevenness is intentionally provided on the surface of a quartz glass jig, and the trial which improves the adhesion of the film to a quartz glass jig is made. For example, to JP,61-88233,Y, the boat for wafer installation by which the work tube for LPCVD which provided unevenness in the inner surface provided unevenness in the surface again at JP,1-170019,A is indicated. Each of these unevenness is formed by sandblasting which can carry out frothed processing easily.

[0007]However, if sandblasting is carried out to a quartz glass surface, a micro crack will occur. It will be keenly sharpened by the portion which the abrasives for sandblasting shaved off, and especially the boundary between a crevice and a crevice is remarkable. By the micro chipping generated in these micro cracks and boundary parts which sharpened keenly, such a quartz glass jig often causes the particle contamination in a semiconductor device manufacturing process. Furthermore, by sand blast processing, it is difficult to obtain equivalent unevenness and the problem which changes with places also has membranous adhesion and infrared reflectance.

[0008]After forming the thin film of an organic compound in a quartz glass surface at JP,11-106225,A as a trial which solves these problems, the method of making uniform detailed unevenness form on the surface of silica glass is indicated by by etching with a hydrofluoric acid solution etc. The silica glass which was able to provide unevenness by this method does not have a crack on the surface.

[0009]However, the unevenness provided by this method has too detailed a problem. That is, since the concavo-convex depth is too shallow, there is a possibility that surface unevenness may disappear, by carrying out etching of the drug solution by hydrofluoric acid etc. several times in the case of the film removal washing work of a semiconductor process. Since the deposit film by which it is generated in a semiconductor etching process or an ashing process is an aggregate of particle with comparatively big particle diameter, it also has the fault that adhesion is bad. This invention tends to solve the above problems.

[0010]

[Means for Solving the Problem]Namely, this invention many detailed crevices in a quartz glass jig for semiconductor devices which it has on the surface shape of each crevice, It is a letter of a spoon cut, and it sees from the upper part, an approximately elliptical is made, and a detailed crevice of these large number provides a quartz glass jig for semiconductor devices currently continuing [ mesh shape and ] smoothly. Center line average surface roughness is 0.5-80 micrometers, and, as for the approximately elliptical of a crevice, an area weighted mean of a major axis provides the above-mentioned quartz glass jig for semiconductor devices 7-150 micrometers and whose area weighted mean of a minor axis are 5-100 micrometers. A micro crack provides the surface with the above-mentioned quartz glass jig for semiconductor devices which does not exist substantially.

[0011]A manufacturing method of a quartz glass jig for semiconductor devices, wherein this invention includes a process etched for 30 to 200 minutes after sandblasting with hydrofluoric acid of 10 to 30 % of the weight of concentration is provided. Furthermore, a particle size of abrasives for sandblasting provides a manufacturing method of the above-mentioned quartz glass jig for semiconductor devices which is #250-#500.

[0012]A quartz glass jig of this invention is excellent in adhesion with a film generated in a semiconductor

device manufacturing process, and there is no generating of particle resulting from these exfoliations, micro cracks, and chipping. In particular, a quartz glass jig of this invention has high adhesion also to any of a CVD film and a deposit film.

[0013] Since there are few membranous omission that said thickness is thick as compared with the conventional quartz glass jig, film removal washing work is reduced and the prolongation of life of a quartz glass jig can be performed. Therefore, a semiconductor device manufacturing cost can be reduced. Even if unevenness of the surface of a quartz glass jig of this invention receives etching by drugs in repeated film removal washing work, it cannot disappear easily.

[0014]

[Embodiment of the Invention] The thing of the crevice where "many detailed crevices" is detailed in great numbers to such an extent that they can reveal an anchor effect on a CVD film or a deposit film as used in the field of this invention is said. "The letter of a spoon cut" as used in the field of this invention means the shape which remains after saving with a spoon, and when it sees from the upper part, it is approximately elliptical, and it means the concave shape which has the small depth compared with the path of an ellipse. That it is "smooth" means that the inside or boundary of a crevice are not keenly sharp.

[0015] Since it sees from the upper part and is carrying out an approximately elliptical, the quartz glass jig of this invention has a pitch of two kinds of crevices, even if it is a deposit film which is an aggregate of particle with comparatively big particle diameter even if it is a CVD film, can reveal an anchor effect and can improve the adhesion of these films.

[0016] Since it has the small depth compared with the path of an ellipse and the angle which the boundary of two adjacent crevices makes is comparatively loose, surface smoothness and interval become difficult to receive etching by the drugs in film removal washing work. Since selective etching will hardly arise even if it receives etching, the shape is maintainable. Since the crevice is following mesh shape, the quartz glass jig of this invention can divide a crack with each meshes of a net. Therefore, it is effective in preventing growth of a crack, and the life of a quartz glass jig is prolonged.

[0017] As a quartz glass jig for semiconductor devices of this invention, For example, the quartz glass jig to which a CVD film and a deposit film adhere in semiconductor device manufacturing processes, such as a work tube used by a semiconductor device manufacturing process, a wafer installation boat, an object for plasma etching, or a bell jar for plasma ashing, is illustrated.

[0018] In the area weighted mean of 0.5–80 micrometers and the ellipse major axis of a crevice, in this invention, 5–100 micrometers of area weighted means of 7–150 micrometers and the ellipse minor axis of a crevice come out [ center line average surface roughness ], and a certain thing is preferred. Here, an area weighted mean means the average performed by carrying out weighting corresponding to the area of an ellipse.

[0019] When using the quartz glass jig of this invention for the process to which the film generated by a chemical reaction adheres, for example, processes, such as the semiconductor device manufacture LPCVD, 0.5–3 micrometers, in the area weighted mean of 1–2 micrometers and the ellipse major axis of a crevice, 7–40 micrometers of area weighted means [ 5–30 micrometers of / 5–10 micrometers of ] of 7–15 micrometers and the ellipse minor axis of a crevice come out [ center line average surface roughness ] especially, and a certain thing is preferred.

[0020]If the path of center line average surface roughness or an ellipse becomes smaller than these values, surface unevenness will disappear easily by drugs etching by film removal washing work. When the path of center line average surface roughness or an ellipse becomes larger than these values, a membranous anchor effect fades and there is a possibility that membranous adhesion may fall.

[0021]When using the quartz glass jig of this invention for the process to which deposit films, such as an etching process, adhere, 1–80 micrometers, in the area weighted mean of 1–30 micrometers and the ellipse major axis of a crevice, 20–150 micrometers of area weighted means [ 10–100 micrometers of / 10–70 micrometers of ] of 20–100 micrometers and the ellipse minor axis of a crevice come out [ center line average surface roughness ] especially, and a certain thing is preferred.

[0022]When the path of center line average surface roughness or an ellipse becomes smaller than these values, a deposit film becomes difficult to go into a crevice, and there is a possibility that membranous adhesion may fall. When the path of center line average surface roughness or an ellipse becomes larger than these values, a membranous anchor effect fades and there is a possibility that membranous adhesion may fall too.

[0023]It is preferred that a micro crack does not exist in the surface of the quartz glass jig of this invention substantially. In this case, there is little generating of the particle resulting from a crack, and the selective etching by the drugs in film removal washing work also has it. [ little ] For example, the poly-Si membrane formation by LPCVD has strong film strength, since it differs in the thermal expansion of a film and silica glass, grows up the micro crack of a quartz glass surface by a thermal excursion, and tends to shorten the life of a quartz glass jig, but it is hard to produce such a problem.

[0024]In the manufacturing method of the quartz glass jig of this invention, 10 to 30% of the weight of hydrofluoric acid performs etching for 30 to 200 minutes after sandblasting. If sandblasting and hydrofluoric acid treatment are performed as mentioned above, some crevices will turn into one crevice, etching beginning from the crevice produced with sandblasting, and carrying out dissolution removal of the edge of a micro crack or a physical grinding side. In this way, each is a smooth letter of a spoon cut, and the surface which has many detailed crevices which followed mesh shape is formed.

[0025]If it is a hard material as abrasives for sandblasting, it can be used especially satisfactorily, but hard ceramics, such as silicon carbide, an aluminum oxide, and a garnet, are mentioned as a desirable example.

[0026]The desirable concentration of hydrofluoric acid is 15 to 20 % of the weight, and although etching time is suitably chosen with the concentration of hydrofluoric acid, it is for 100 to 200 minutes preferably. When hydrofluoric acid concentration exceeds 30 % of the weight, the etch rate of silica glass is large and there is a possibility of etching greatly also except the portion which needs etching. When hydrofluoric acid concentration is lower than 10 % of the weight, there is a possibility that the edge of the micro crack generated with sandblasting or a physical grinding side may be unremovable.

[0027]It is preferred to carry out sandblasting of the surface of a quartz glass jig in the manufacturing method of this invention with the abrasives which have a particle size of #250 – #500. It is #300–#400 more preferably as a particle size of abrasives. When said particle size becomes larger than #250, there is a possibility that a big crack may occur with sandblasting, a crack part may be greatly etched selectively by processing by the hydrofluoric acid after sandblasting, and the crevice of the letter of a spoon cut cannot be formed. The sharp edge by a physical grinding side increases, and since a long time is needed for the

hydrofluoric acid treatment for changing this into a smooth state, it will etch except the portion which needs etching of a quartz glass jig greatly. Since unevenness by sandblasting is small when said particle size becomes smaller than #500, time until it forms the crevice of the above-mentioned desirable surface roughness or a path by hydrofluoric acid etching becomes long.

[0028]

[Example]After carrying out sandblasting of the inner surface of example 1 quartz glass pipe by using the silicon carbide of particle size #400 as abrasives, When it etches with the hydrofluoric acid of 15 % of the weight of concentration for 100 minutes, the center line average surface roughness of the inner surface of a silica glass work tube is 1.2 micrometers, Unevenness of the smooth letter of a spoon cut was formed in mesh shape with 8–12 micrometers in diameter (in the area weighted mean of the ellipse major axis of a crevice, the area weighted mean of 11 micrometers and the ellipse minor axis of a crevice is 9 micrometers) elliptical.

[0029]The conventional silica glass work tube which does not carry out processing of the work tube for semiconductor device manufacture LPCVD processes which performed sandblasting and hydrofluoric acid treatment, and what on the same conditions, either was used, and multiple-times formation of every 5 micrometers of the poly-Si films was carried out at 1 time of a process by a 600 \*\* LPCVD process, respectively.

[0030]In the silica glass work tube by this invention, as a result of carrying out visual observation after forming a 30-micrometer film, exfoliation of a poly-Si film and a crack were accepted and cut. On the other hand, in the conventional work tube which did not carry out processing by this invention, when the increase in particle in a furnace was detected and this work tube was observed after forming a poly-Si film in a thickness of 20 micrometers, exfoliation was observed at some poly-Si films.

[0031]After forming a poly-Si film in a thickness of 30 micrometers with the work tube by this invention, When visual comparison observation of the work tube surface was carried out after forming a poly-Si film in a thickness of 20 micrometers with said conventional work tube, there were few the numbers as compared with the surface crack which had generated the surface crack generated in the work tube by this invention in said conventional work tube. The length of the surface crack of the work tube by this invention was shorter than the surface crack of said conventional work tube, and it turned out in the work tube by this invention that growth of the surface crack is controlled.

[0032]After carrying out sandblasting of the example 2 quartz glass plate by using the silicon carbide of particle size #300 as abrasives, when it etches with the hydrofluoric acid of concentration 17% of the weight for 150 minutes, as shown in the scanning electron micrograph of drawing 1, Unevenness of the letter of a spoon cut whose diameter is smooth elliptical [ of 10 micrometers – 40 micrometers (in the area weighted mean of the ellipse major axis of a crevice, the area weighted mean of 35 micrometers and the ellipse minor axis of a crevice is 14 micrometers) ] was formed in mesh shape for center line average surface roughness at 1.3 micrometers. Although etching for 30 minutes was repeated 10 times with the hydrofluoric acid of 5 % of the weight of concentration, as the quartz glass plate in which unevenness was formed was shown in the scanning electron micrograph of drawing 2, the network structure of unevenness of the smooth letter of a spoon cut did not disappear with elliptical. In drawing 1 and drawing 2, the breadth of a photograph is about 470 micrometers.

[0033]The same processing as example 3 Example 2 was carried out, the silica glass chamber of the device for semiconductor device manufacture ashing processes in which the crevice was formed to the inner surface, and the silica glass chamber which does not form said crevice were used, and resist removing by plasma etching was carried out.

[0034]Although the particle contamination by exfoliation of a deposit film occurred by the silica glass chamber which does not carry out processing by this invention for 20 hours after the beginning of using, the particles generation in the silica glass chamber which carried out processing by this invention was not accepted. Even if the silica glass chamber which carried out said processing by this invention repeated and carried out film removal washing by 5 % of the weight of concentration hydrofluoric acid every 50 hours, exfoliation of a deposit film was not generated.

[0035]The same processing as example 4 Example 2 was carried out, the silica glass bell jar which carried out only sandblasting by using as abrasives the silica glass bell jar for semiconductor device manufacture etching process devices and the silicon carbide of particle size #60 in which the crevice was formed on the surface was used, and plasma etching of the wafer was carried out. Although the particle which originates in silica glass at initial use occurred in the bell jar of only sandblasting, in the bell jar which carried out processing by this invention, particle did not occur but plasma etching stable from initial use has been carried out.

[0036]

[Effect of the Invention]Since the quartz glass jig for semiconductor devices of this invention has good adhesion with the film formed by a CVD process, an etching process, etc. in semiconductor device manufacture, there is no contamination by particle, Since the effect continues and the number of times of a film removal washing process can be further reduced even if it performs etching by the hydrofluoric acid in film removal washing, etc., there is an effect which prolongs the life of a quartz glass jig.

[Brief Description of the Drawings]

[Drawing 1]The scanning electron micrograph of the surface of the quartz glass jig of this invention.

[Drawing 2]The scanning electron micrograph of the surface of the quartz glass jig of this invention.

---

[Translation done.]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-89198

(P2001-89198A)

(43) 公開日 平成13年4月3日(2001.4.3)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テ-マコ-ト*(参考)
C 0 3 C 19/00		C 0 3 C 19/00	4 G 0 1 4
C 0 3 B 20/00		C 0 3 B 20/00	K 4 G 0 5 9
C 0 3 C 15/00		C 0 3 C 15/00	B 5 F 0 0 4
H 0 1 L 21/205		H 0 1 L 21/205	5 F 0 4 5
21/3065		21/302	B
審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 5 頁)			

(21) 出願番号 特願平11-269300

(22) 出願日 平成11年9月22日(1999.9.22)

(71) 出願人 000000044

旭硝子株式会社

東京都千代田区有楽町一丁目12番1号

(72) 発明者 川口 将徳

福島県郡山市待池台1丁目10番地 郡山旭

ファイン硝子株式会社内

(72) 発明者 三瓶 賢一

福島県郡山市待池台1丁目10番地 郡山旭

ファイン硝子株式会社内

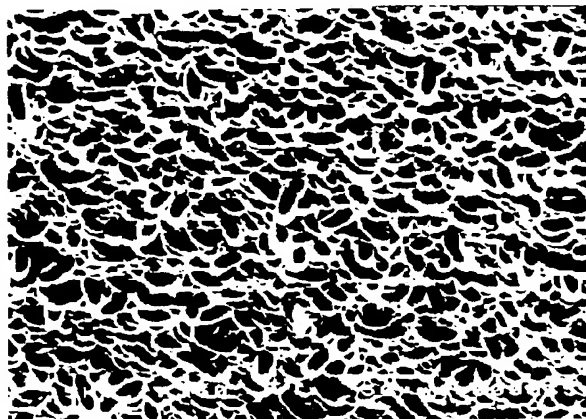
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 半導体装置用石英ガラス治具およびその製造方法

(57) 【要約】

【課題】半導体素子製造工程において形成される膜との密着性が良く、寿命の長い半導体装置用石英ガラス治具を得る。

【解決手段】多数の微細な凹部を表面に有する半導体装置用石英ガラス治具において、凹部それぞれの形状は、なめらかなスプーンカット状であって上方から見て略楕円形状をなしており、これら多数の微細な凹部は網目状に連続していることを特徴とする。





**【特許請求の範囲】**

【請求項 1】多数の微細な凹部を表面に有する半導体装置用石英ガラス治具において、凹部それぞれの形状は、なめらかなスプーンカット状であって上方から見て略楕円形状をなしており、これら多数の微細な凹部は網目状に連続していることを特徴とする半導体装置用石英ガラス治具。

【請求項 2】中心線平均表面粗さが  $0.5 \sim 80 \mu\text{m}$  であり、凹部の略楕円形状は、長径の面積荷重平均が  $7 \sim 150 \mu\text{m}$ 、短径の面積荷重平均が  $5 \sim 100 \mu\text{m}$  である請求項 1 記載の半導体装置用石英ガラス治具。

【請求項 3】表面にマイクロクラックが実質的に存在しない請求項 1 または 2 記載の半導体装置用石英ガラス治具。

【請求項 4】サンドブラストの後に濃度  $10 \sim 30$  重量%のフッ化水素酸で  $30 \sim 200$  分間エッチングする工程を含むことを特徴とする半導体装置用石英ガラス治具の製造方法。

【請求項 5】サンドブラストのための研削材の粒度が  $\#250 \sim \#500$  である請求項 4 記載の半導体装置用石英ガラス治具の製造方法。

**【発明の詳細な説明】****【0001】**

【発明の属する技術分野】本発明は半導体装置用石英ガラス治具およびその製造方法に関する。

**【0002】**

【従来の技術】半導体製造装置用治具の材料としては、高純度であり、耐熱性および耐薬品性に優れる石英ガラスをファイアポリッシュ等の手段により平滑な表面にして使用することが一般的である。

**【0003】**

【発明が解決しようとする課題】しかし、半導体素子製造工程における CVD による  $\text{poly-Si}$  成膜工程、二酸化ケイ素膜の成膜工程ならびにデポジット膜が発生するエッチング工程およびアッシング工程では、石英ガラス治具に付着したこれらの膜が剥離してパーティクルとなり半導体素子を汚染することがある。このため、石英ガラス治具に付着した膜を定期的に除去する必要がある。

【0004】この付着膜の除去に際しては、フッ化水素酸等の石英ガラスを溶解する薬剤でエッチングすることが多いため、付着膜の除去によって石英ガラス治具が減肉し、石英ガラス治具が寿命が短くなる問題がある。

【0005】さらに、 $\text{poly-Si}$  等の一部の膜は石英ガラスとの熱膨張差により石英ガラス治具の表面に多数の表面クラックを生じさせるため、このクラックが上記エッチングにより伸展し、石英ガラス治具の寿命を短くする原因になっている。

【0006】付着膜剥離の問題を解決すべく、石英ガラス治具の表面に意識的に凹凸を設け、石英ガラス治具に

対する膜の密着性を高める試みがなされている。たとえば実公昭  $61-88233$  には内面に凹凸を設けた LPCVD 用炉心管が、また、特開平  $1-170019$  には表面に凹凸を設けたウエハ載置用ポートが記載されている。これらの凹凸はいずれも、容易にフロスト加工できるサンドブラストによって形成されている。

【0007】しかし、石英ガラス表面にサンドブラストを行うとマイクロクラックが発生する。また、サンドブラスト用研削材が削り取った部分が鋭く尖った状態になり、特に凹部と凹部の境界は顕著である。これらのマイクロクラックや鋭く尖った境界部に発生するマイクロチップングにより、このような石英ガラス治具はしばしば半導体素子製造工程でのパーティクル汚染を引き起こす。さらにサンドブラスト加工では均等の凹凸を得ることが難しく、膜の密着性や赤外線反射率が場所によって異なる問題もある。

【0008】これらの問題を解決する試みとして特開平  $11-106225$  には、石英ガラス表面に有機化合物の薄膜を形成した後にフッ化水素酸溶液等でエッチングすることにより、石英ガラスの表面に均一微細な凹凸を形成させる方法が記載されている。この方法で凹凸を設けられた石英ガラスは表面にクラックを有さない。

【0009】しかし、この方法で設けられた凹凸は微細すぎる問題がある。すなわち、凹凸の深さが浅すぎるために、半導体工程の膜除去洗浄作業の際に、フッ化水素酸等による薬液のエッチングが数回実施されることによって表面の凹凸が消失するおそれがある。また、半導体エッチング工程やアッシング工程で発生するデポジット膜は、比較的粒子径が大きなパーティクルの集合体なので、密着性が悪いという欠点もある。本発明は、以上のような問題点を解決しようとするものである。

**【0010】**

【課題を解決するための手段】すなわち、本発明は、多数の微細な凹部を表面に有する半導体装置用石英ガラス治具において、凹部それぞれの形状は、スプーンカット状であって上方から見て略楕円形状をなしており、これら多数の微細な凹部は網目状かつなめらかに連続していることを特徴とする半導体装置用石英ガラス治具を提供する。また、中心線平均表面粗さが  $0.5 \sim 80 \mu\text{m}$  であり、凹部の略楕円形状は、長径の面積荷重平均が  $7 \sim 150 \mu\text{m}$ 、短径の面積荷重平均が  $5 \sim 100 \mu\text{m}$  である上記の半導体装置用石英ガラス治具を提供する。さらに、表面にマイクロクラックが実質的に存在しない上記の半導体装置用石英ガラス治具を提供する。

【0011】また、本発明は、サンドブラストの後に濃度  $10 \sim 30$  重量%のフッ化水素酸で  $30 \sim 200$  分間エッチングする工程を含むことを特徴とする半導体装置用石英ガラス治具の製造方法を提供する。さらにサンドブラストのための研削材の粒度が  $\#250 \sim \#500$  である上記の半導体装置用石英ガラス治具の製造方法を提

供する。

【0012】本発明の石英ガラス治具は、半導体素子製造工程で発生する膜との密着性に優れ、これらの剥離やマイクロクラックやチッピングに起因するパーティクルの発生がない。特に、本発明の石英ガラス治具は、CVD膜、デポジット膜のいずれに対しても密着性が高い。

【0013】また、従来の石英ガラス治具に比較して、前記膜厚が厚くとも膜の脱落が少ないことから、膜除去洗浄作業を減らして石英ガラス治具の延命ができる。したがって、半導体素子製造コストを低減できる。さらに、本発明の石英ガラス治具の表面の凹凸は、たび重なる膜除去洗浄作業での薬剤によるエッチングを受けても消失しにくい。

【0014】

【発明の実施の形態】本発明でいう、「多数の微細な凹部」とは、CVD膜やデポジット膜にアンカー効果を発現できる程度に多数で微細な凹部のことをいう。また、本発明でいう「スプーンカット状」とは、スプーンですくった後に残る形状をいい、上方から見た場合には略楕円形状であって、楕円の径に比べて小さい深さを有する凹形状をいう。また、「なめらか」とあるとは、凹部の内部や境界が鋭く尖っていないことをいう。

【0015】本発明の石英ガラス治具は、上方から見て略楕円形状をしているため、2種類の凹部のピッチを持ち、CVD膜であっても、比較的粒子径が大きなパーティクルの集合体であるデポジット膜であっても、アンカー効果を発現し、これらの膜の密着性を高めることができる。

【0016】また、楕円の径に比べて小さい深さを有するため、隣り合う2つの凹部の境界がなす角度が比較的ゆるやかなので、表面のなめらかさとあいまって、膜除去洗浄作業での薬剤によるエッチングを受けにくくなる。仮にエッチングを受けても選択的エッチングがほとんど生じないので、その形状を維持できる。また、本発明の石英ガラス治具は、凹部が網目状に連続しているので、クラックをそれぞれの網目で分断できる。したがって、クラックの成長を防止する効果があり、石英ガラス治具の寿命を延ばす。

【0017】本発明の半導体装置用石英ガラス治具としては、たとえば半導体素子製造工程で使用される炉心管、ウエハ載置ポートまたはプラズマエッチング用もしくはプラズマアッシング用ベルジャー等の、半導体素子製造工程においてCVD膜やデポジット膜が付着する石英ガラス治具が例示される。

【0018】本発明では、中心線平均表面粗さが $0.5 \sim 80 \mu\text{m}$ 、凹部の楕円長径の面積荷重平均が $7 \sim 150 \mu\text{m}$ 、凹部の楕円短径の面積荷重平均が $5 \sim 100 \mu\text{m}$ 、であることが好ましい。ここで、面積荷重平均とは、楕円の面積に対応する重み付けをして行った平均をいう。

【0019】本発明の石英ガラス治具を、化学反応によって生成する膜が付着する工程、たとえば半導体素子製造LPCVD等の工程に使用する場合は、中心線平均表面粗さが $0.5 \sim 3 \mu\text{m}$ 、特に $1 \sim 2 \mu\text{m}$ 、凹部の楕円長径の面積荷重平均が $7 \sim 40 \mu\text{m}$ 、特に $7 \sim 15 \mu\text{m}$ 、凹部の楕円短径の面積荷重平均が $5 \sim 30 \mu\text{m}$ 、特に $5 \sim 10 \mu\text{m}$ 、であることが好ましい。

【0020】中心線平均表面粗さや楕円の径がこれらの値より小さくなると、膜除去洗浄作業での薬剤エッチングによって表面の凹凸が消失しやすくなる。また、中心線平均表面粗さや楕円の径がこれらの値より大きくなると、膜のアンカー効果が薄れて、膜の密着性が低下するおそれがある。

【0021】本発明の石英ガラス治具を、エッチング工程等のデポジット膜が付着する工程に使用する場合は、中心線平均表面粗さが $1 \sim 80 \mu\text{m}$ 、特に $1 \sim 30 \mu\text{m}$ 、凹部の楕円長径の面積荷重平均が $20 \sim 150 \mu\text{m}$ 、特に $20 \sim 100 \mu\text{m}$ 、凹部の楕円短径の面積荷重平均が $10 \sim 100 \mu\text{m}$ 、特に $10 \sim 70 \mu\text{m}$ 、であることが好ましい。

【0022】中心線平均表面粗さや楕円の径がこれらの値より小さくなると、デポジット膜が凹部に入りにくくなり、膜の密着性が低下するおそれがある。また、中心線平均表面粗さや楕円の径がこれらの値より大きくなると、膜のアンカー効果が薄れて、やはり膜の密着性が低下するおそれがある。

【0023】また、本発明の石英ガラス治具の表面にはマイクロクラックが実質的に存在しないことが好ましい。この場合は、クラックに起因するパーティクルの発生が少なく、膜除去洗浄作業での薬剤による選択的エッチングも少ない。たとえばLPCVDでのpoly-Si成膜は、膜強度が強く、膜と石英ガラスとの熱膨張が異なるため、熱サイクルによって石英ガラス表面のマイクロクラックを成長させ、石英ガラス治具の寿命を短くする傾向があるが、このような問題が生じにくい。

【0024】本発明の石英ガラス治具の製造方法では、サンドブラストの後に $10 \sim 30$ 重量%のフッ化水素酸で $30 \sim 200$ 分間、エッチングを行う。上記のようにサンドブラストおよびフッ化水素酸処理を行うと、サンドブラストで生じた凹部からエッチングが始まり、マイクロクラックや物理研削面のエッジを溶解除去しながら、数個の凹部が1個の凹部になる。こうして、それぞれがなめらかなスプーンカット状であって、網目状に連続した、多数の微細な凹部を有する表面が形成される。

【0025】サンドブラストのための研削材としては硬質の材料であれば特に問題なく使用できるが、炭化ケイ素、酸化アルミニウム、ガーネット等の硬質セラミックスが好ましい例として挙げられる。

【0026】フッ化水素酸の好ましい濃度は $15 \sim 20$ 重量%であり、エッチング時間はフッ化水素酸の濃度に

よって適宜選択するが、好ましくは100～200分間である。フッ化水素酸濃度が30重量%を超えると、石英ガラスのエッチング速度が大きく、エッチングを必要とする部分以外も大きくエッチングしてしまうおそれがある。また、フッ化水素酸濃度が10重量%よりも低いとサンドブラストで発生したマイクロクラックや物理研削面のエッジを除去できないおそれがある。

【0027】本発明の製造方法では、石英ガラス治具の表面を#250～#500の粒度を有する研削材でサンドブラストすることが好ましい。研削材の粒度としてより好ましくは、#300～#400である。前記粒度が#250より大きくなるとサンドブラストにより大きなクラックが発生してサンドブラストの後のフッ化水素酸による処理でクラック部分が選択的に大きくエッチングされてスプーンカット状の凹部を形成できないおそれがある。また、物理研削面による鋭いエッジが多くなり、これをなめらかな状態にするためのフッ化水素酸処理に長時間を必要とするため、石英ガラス治具のエッチングを必要とする部分以外を大きくエッチングしてしまうことになる。前記粒度が#500より小さくなるとサンドブラストによる凹凸が小さいために、フッ化水素酸エッチングで上記の好ましい表面粗さや径の凹部を形成するまでの時間が長くなる。

#### 【0028】

##### 【実施例】実施例1

石英ガラス管の内面を、粒度#400の炭化ケイ素を研削材としてサンドブラストした後に、濃度15重量%のフッ化水素酸で100分エッチングしたところ、石英ガラス炉心管の内面の中心線平均表面粗さは1.2μmで、直径8～12μm（凹部の楕円長径の面積荷重平均が11μm、凹部の楕円短径の面積荷重平均が9μm）の楕円形状でなめらかなスプーンカット状の凹凸が網目状に形成されていた。

【0029】同じ条件で、サンドブラストとフッ化水素酸処理を行った半導体素子製造LPCVD工程用炉心管および何の処理もしない従来の石英ガラス炉心管を使用して、それぞれ600℃のLPCVD工程でpoly-Si膜を1回の工程で5μmずつ複数回形成した。

【0030】本発明による石英ガラス炉心管では30μmの膜を形成した後に目視観察をした結果、poly-Si膜の剥離やクラックは認められなかった。一方、本発明による処理をしなかった従来の炉心管ではpoly-Si膜を20μmの厚さに形成した後に炉内のパーティクル増加が検出され、該炉心管を観察したところpoly-Si膜の一部に剥離が観察された。

【0031】また、本発明による炉心管でpoly-Si膜を30μmの厚さに形成した後と、前記従来の炉心管でpoly-Si膜を20μmの厚さに形成した後とで炉心管表面を目視比較観察したところ、本発明による炉心管に発生していた表面クラックは前記従来の炉心管

に発生していた表面クラックに比較してその数は少なかった。また、本発明による炉心管の表面クラックの長さは前記従来の炉心管の表面クラックよりも短く、本発明による炉心管ではその表面クラックの成長が抑制されていることがわかった。

#### 【0032】実施例2

石英ガラス板を、粒度#300の炭化ケイ素を研削材としてサンドブラストした後に、17重量%濃度のフッ化水素酸で150分エッチングしたところ、図1の走査電子顕微鏡写真に示すように、中心線平均表面粗さが1.3μmで直径が10μm～40μm（凹部の楕円長径の面積荷重平均が35μm、凹部の楕円短径の面積荷重平均が14μm）の楕円形状でなめらかなスプーンカット状の凹凸が網目状に形成されていた。凹凸を形成した石英ガラス板を濃度5重量%のフッ化水素酸で30分のエッチングを10回繰り返したが、図2の走査電子顕微鏡写真に示すように、楕円形状でなめらかなスプーンカット状の凹凸の網目構造は消失することがなかった。なお、図1、図2において写真の横幅は約470μmである。

#### 【0033】実施例3

実施例2と同様の処理をして、内部表面に凹部を形成した半導体素子製造アッシング工程用装置の石英ガラスチャンバーと前記凹部を形成しない石英ガラスチャンバーとを使用して、プラズマエッチングによるレジスト剥離を実施した。

【0034】本発明による処理をしない石英ガラスチャンバーでは使用開始から20時間でデポジット膜の剥離によるパーティクル汚染が発生したが、本発明による処理をした石英ガラスチャンバーでのパーティクル発生は認められなかった。また、本発明による前記処理をした石英ガラスチャンバーは50時間ごとに濃度5重量%フッ化水素酸による膜除去洗浄を繰り返し実施してもデポジット膜の剥離は発生しなかった。

#### 【0035】実施例4

実施例2と同様の処理をして、表面に凹部を形成した半導体素子製造エッチング工程装置用の石英ガラスベルジャーと粒度#60の炭化ケイ素を研削材としてサンドブラストのみをした石英ガラスベルジャーとを使用して、ウェハのプラズマエッチングを実施した。サンドブラストのみのベルジャーでは使用初期に石英ガラスに起因するパーティクルが発生したが、本発明による処理をしたベルジャーではパーティクルが発生せず、使用初期から安定したプラズマエッチングが実施できた。

#### 【0036】

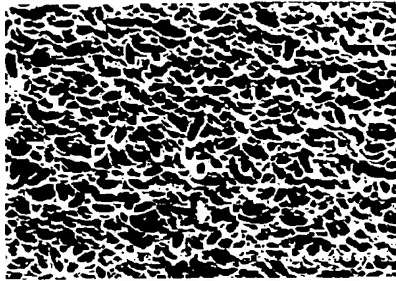
【発明の効果】本発明の半導体装置用石英ガラス治具は、半導体素子製造におけるCVD工程やエッチング工程等で形成される膜との密着性が良いためパーティクルによる汚染がなく、膜除去洗浄でのフッ化水素酸等によるエッチングを行ってもその効果が持続し、さらに膜除

去洗浄工程の回数を低減できるため石英ガラス治具の寿命を延ばす効果がある。

【図面の簡単な説明】

【図 1】 本発明の石英ガラス治具の表面の走査電子顕微

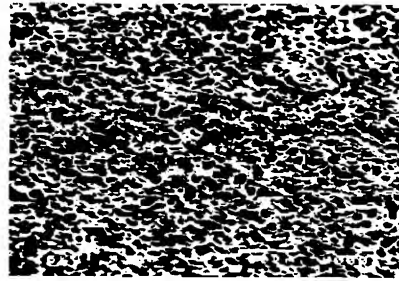
【図 1】



鏡写真。

【図 2】 本発明の石英ガラス治具の表面の走査電子顕微鏡写真。

【図 2】



フロントページの続き

Fターム(参考) 4G014 AH00  
 4G059 AA20 AB03 AC03 BB14  
 5F004 AA15 AA16 BB29 BB32 BD01  
 DB26  
 5F045 AA06 AB03 AD10 BB14 EC05  
 EM09